

die Ausscheidung eines feinen Krystallpulvers, dem die Formel $C_{18}H_{16}N_2O_3$ zukommt. Die Verbindung entsteht nach folgender Gleichung :



0,14375 g Substanz gaben 0,3678 CO_2 und 0,0682 H_2O .

0,1232 g " " 9,8 chem N bei 21° und 751 mm.

	Berechnet für $C_{18}H_{16}N_2O_3$	Gefunden
C	70,18	69,78
H	5,19	5,27
N	8,77	8,94.

In den meisten gebräuchlichen Lösungsmitteln ist sie sehr schwer löslich, leichter in Eisessig. Aus letzterem scheiden sich beim Erkalten derbe Kryställchen aus, welche bei 228 bis 229° schmelzen.

Ueber einige Verbindungen des Phenylhydrazins; von Denselben.

Amidartige Verbindungen des Phenylhydrazins entstehen, wie E. Fischer*) an mehreren Beispielen gezeigt hat, durch Combination der Base mit den Anhydriden, Chloriden und Estern der organischen Säuren und endlich auch durch Erhitzen mit den freien Säuren selbst.

Letztere Methode ist bei weitem die einfachste, und ich habe sie deshalb benutzt, um einige complicirtere Säurehydrazide darzustellen, in der Hoffnung, daraus weitere interessante Condensationsproducte zu erlangen.

Analysirt wurden die Phenylhydrazide der Aepfelsäure, Weinsäure, Schleimsäure und Phenylessigsäure und das erste Hydrazid des Oxaläthers.

*) Diese Annalen **190**, 125 ff.

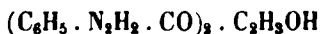
Die vier ersten Producte entstehen durch Erhitzen der freien Säuren mit der für das neutrale Salz berechneten Menge Phenylhydrazin im Oelbad auf 120 bis 140°.

Die Reaction ist beendet, wenn kein Wasser mehr entweicht. Die Schmelze wird erst mit verdünnter Essigsäure, dann mit kohlensaurem Ammoniak behandelt und das zurückbleibende Hydrazid aus dem geeigneten Lösungsmittel umkrystallisirt.

Diese Producte zeigen fast alle die Reactionen des Monobenzoylphenylhydrazins. Charakteristisch ist folgende, bisher nicht beobachtete Farbenreaction. Löst man die Hydrazide in concentrirter Schwefelsäure und fügt ein oxydirendes Agens z. B. Eisenchlorid, salpetrige Säure, chromsaures Kali u. s. w. hinzu, so entsteht eine sehr starke, roth bis blauviolette Färbung.

Aepfelsäurediphenylhydrazid.

Dasselbe krystallisirt aus heißem verdünnten Alkohol in silberglänzenden Blättchen, welche bei 213° schmelzen und die Formel :



besitzen. Es wurde zur Analyse bei 100° getrocknet.

0,156 g Substanz gaben 0,3485 CO₂ und 0,0812 H₂O.

0,1181 g " " 18,7 cbcm N bei 752 mm und 22°.

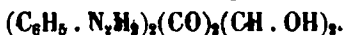
	Berechnet für C ₁₈ H ₁₈ N ₄ O ₃	Gefunden
C	61,14	60,93
H	5,73	5,78
N	17,83	17,75.

Die Verbindung ist in Wasser und Aether schwer, in Alkohol und Eisessig leicht löslich.

Weinsäurediphenylhydrazid.

Die Substanz krystallisirt aus absolutem Alkohol oder

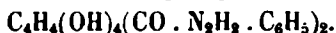
Eisessig in schönen glänzenden Blättchen vom Schmelzpunkt 226°. Sie hat die Zusammensetzung :



0,1426 g Substanz gaben 21,4 cbcm N bei 751 mm und 21°.

	Berechnet für $\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_4\text{O}_4$	Gefunden
N	16,97	16,67.

Schleimsäurediphenylhydrazid,



Die Verbindung ist in den meisten Lösungsmitteln sehr schwer löslich, leicht löslich aber in siedendem Phenylhydrazin, woraus sie in schönen rein weissen Blättchen erhalten werden kann, die für die Analyse mit Alkohol und Aether wiederholt ausgekocht und bei 100° getrocknet wurden.

0,1578 g Substanz gaben 0,3208 CO₂ und 0,0805 H₂O.

0,1494 g " " 19,2 cbcm N bei 752 mm und 22°.

	Berechnet für $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{N}_4\text{O}_6$	Gefunden
C	55,38	55,44
H	5,64	5,66
N	14,36	14,40.

Ihr Schmelzpunkt liegt bei 238 bis 240°.

Phenyllessigsäurediphenylhydrazid,



krystallisirt aus heissem Alkohol in rein weissen flachen Spießsen, die bei 168 bis 169° schmelzen.

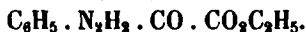
Bei 100° getrocknet lieferten :

0,1368 g Substanz 0,3746 CO₂ und 0,0775 H₂O.

0,2075 g " 22,7 cbcm N bei 21° und 751 mm.

	Berechnet für $\text{C}_{17}\text{H}_{17}\text{N}_2\text{O}$	Gefunden
C	74,34	74,68
H	6,19	6,29
N	12,89	12,30.

Die Verbindung ist in Wasser schwer, in Alkohol, Eisessig leicht löslich.

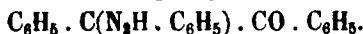
Oxalsäuremonophenylhydrazidäthylester.

Der Körper entsteht, wenn man Oxalsäureester in alkoholischer Lösung mit Phenylhydrazin bis zum beginnenden Sieden erhitzt. Beim Erkalten krystallisirt der Ester in quadratcentimetergrossen Blättern vom Schmelzpunkt 119° heraus.

0,207 g Substanz gaben 0,4385 CO₂ und 0,1103 H₂O.

0,18985 g " " 22,3 cbcm N bei 758 mm und 21°.

	Berechnet für C ₁₀ H ₁₁ O ₂ N ₂	Gefunden
C	57,69	57,77
H	5,77	5,92
N	13,46	13,25.

Benzilmonophenylhydrazin.

Pickel*) erhielt aus Benzil und Phenylhydrazin das Benzildiphenylhydrazin.

Nimmt man anstatt zweier Molecule Hydrazin eins und erwärmt auf dem Wasserbad nur so lange, bis eine rein gelbe Färbung entstanden ist, läßt alsdann erkalten und fügt essigsäurehaltiges Wasser hinzu, so scheidet sich die Monophenylhydrazinverbindung als zähe Masse ab, die aus Alkohol in grossen gelben Spießsen vom Schmelzpunkt 128 bis 129° krystallisirt.

0,1625 g Substanz gaben 13,75 cbcm N bei 751 mm und 22°.

0,164 g " " 0,4805 CO₂ und 0,0794 H₂O.

	Berechnet für C ₂₀ H ₁₆ N ₂ O	Gefunden
N	9,38	9,48
C	80,00	79,91
H	5,33	5,38.

*) Diese Annalen 333, 230.